

MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE

SERVICE
de la PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

BREVET D'INVENTION

P.V. n° 79.350

N° 1.496.341

Classification internationale : B 29 j // E 04 f

Perfectionnements aux procédés pour la fabrication de carreaux de revêtement.

M. LEE, ROY MANGRUM résidant aux États-Unis d'Amérique.

Demandé le 10 octobre 1966, à 15^h 40^m, à Paris.

Délivré par arrêté du 21 août 1967.

*(Bulletin officiel de la Propriété industrielle, n° 39 du 29 septembre 1967.)**(Demande de brevet déposée aux États-Unis d'Amérique le 17 novembre 1965, sous le n° 514.743, au nom du demandeur.)*

L'invention a pour objet des carreaux de revêtement possédant une matrice plastique englobant des particules de pierre, et un procédé pour la fabrication d'un tel type de carreaux de revêtement.

Des revêtements en pierre telle que du marbre sont hautement décoratifs en tant que matériau de construction, mais leur prix de revient est relativement élevé par comparaison avec celui d'autres types de revêtement superficiels, et il empêche une utilisation généralisée lorsque le prix de revient constitue un facteur important. De même le *terrazzo*, qui est un revêtement superficiel fait de particules de pierre prises dans une matrice de ciment que l'on polit ensuite, est d'utilisation limitée parce que son prix de revient est plus élevé que celui d'autres matériaux de revêtements pour sols et parois. La principale dépense dans un revêtement *« terrazzo »* est due aux frais de main-d'œuvre pour son application. Les revêtements en *« terrazzo »* doivent généralement être appliqués *« in situ »*, et une telle application est très inconfortable en raison du temps nécessaire pour assurer la prise et le durcissement de la matrice en ciment.

Des particules de pierre ont été ajoutées à des carreaux pour revêtements de sols et de parois comprenant une matrice à base de compositions plastiques vinyliques ou caoutchouteuses mais n'ont pas produit un *« terrazzo »* satisfaisant parce que la matrice vinylique ou caoutchouteuse est beaucoup plus molle que les particules de pierre qu'elle englobe et ne les maintient pas solidement en place. On s'est efforcé d'incorporer des particules de pierre à des résines thermodurcissables qui, par durcissement, produisent une matrice beaucoup plus dure. Mais l'utilisation d'un mélange de particules de pierre dans une matrice de résine thermodurcissable a soulevé des problèmes de fabrication d'une telle importance que la production de carreaux de revêtement commercialement acceptables, possédant

l'aspect d'un revêtement de pierre ou d'un *« terrazzo »*, par simple moulage par compression, n'a pu être réalisée antérieurement à la présente invention.

Dans le passé, un des principaux problèmes auxquels on s'est heurté en s'efforçant de former des carreaux de revêtement à partir de résines thermodurcissables contenant des particules de pierre par moulage par compression, c'est-à-dire en plaçant un bloc d'une quantité choisie du mélange non durci dans un moule chauffé disposé dans une presse et en fermant la presse sur le moule pour former le carreau, a été la tendance de la résine thermodurcissable à fuir vers l'extérieur à partir des particules de pierre lorsque le moule se referme sur le mélange. Bien que le mélange soit épais et possède l'aspect d'une pâte humide quand il est initialement placé dans la presse chauffée et quand la pression est appliquée, un mélange résineux thermodurcissable contenant un polymère et un monomère devient tout à fait fluide et ne transporte pas uniformément les particules de pierre vers l'extérieur quand le bloc de mélange s'étale en réponse à la pression communiquée par le moule. Ce fluage inégal des particules de pierre et de la résine est particulièrement notable quand les particules de pierre sont d'une granulométrie telle qu'elles mesurent plus d'environ 0,150 mm. Il est résulté que les particules de pierre tendent à rester sous la forme d'un tas dans la portion centrale du moule; elles sont fortement comprimées lors de la fermeture du moule et sont ainsi broyées. Ce broyage des particules de pierre forme de nouvelles surfaces qui ne sont pas convenablement mouillées par la résine, le résultat final étant une qualité médiocre du carreau durci, qui est alors commercialement inacceptable. Le fluage non uniforme des particules de pierre est d'autant plus prononcé que ces particules sont plus grosses.

Même lors du moulage par compression pour former un carreau de revêtement possédant l'aspect du marbre dans lequel on n'a incorporé que de petites particules de pierre, mesurant par exemple de 0,150 à 0,075 mm, à une matrice de résine thermodurcissable, le problème du fluage non uniforme des particules de pierre subsiste. Lors de la fabrication d'un carreau de revêtement imitant le marbre par moulage d'une matière plastique thermodurcissable contenant des particules de pierre par application de pression, et lorsqu'on incorpore au mélange des matières colorantes classiques telles que des pigments qui peuvent être eux-mêmes des fines particules de pierre, les pigments sont retenus avec les particules de pierre tassées et l'on ne peut pas obtenir l'aspect moucheté ou veiné désiré.

On s'est efforcé de pallier l'incapacité des particules de pierre à fluier uniformément pendant le moulage, afin de les obliger à se répartir uniformément dans une matrice de résine thermodurcie quand le carreau est durci par moulage par compression, en augmentant la teneur du mélange en résine. Le résultat final de ce mode opératoire est simplement d'augmenter le prix de revient du carreau sans diminuer appréciablement la proportion de carreaux défectueux car la résine est l'ingrédient le plus coûteux des carreaux de revêtement.

L'application manuelle à la truelle ou le recours à d'autres moyens pour étaler et répartir mécaniquement les mélanges de résine thermodurcissable et de particules de pierre dans le moule avant application de pression, ont été nécessaires lors de la fabrication de carreaux à partir de mélanges de matières plastiques thermodurcissables et de particules de pierre. Ces modes opératoires augmentent le prix de revient du carreau en prolongeant la durée du cycle de moulage et en ajoutant des frais de main-d'œuvre ou d'équipement.

Un autre problème auquel on s'est heurté, en s'efforçant de fabriquer un carreau carré ou rectangulaire à partir des résines thermodurcissables et des particules de pierre, est dû au retrait du carreau pendant le durcissement. Le retrait de tels carreaux pendant le durcissement est souvent si important qu'il provoque une courbure concave prononcée des bords dans le voisinage des coins du carreau. On peut remédier à ce défaut en préparant un carreau plus grand que prévu puis en meulant les bords pour aboutir à la forme carrée ou rectangulaire désirée. Mais cette opération est si coûteuse que des carreaux fabriqués de cette manière ne peuvent pas être vendus à des prix compétitifs avec ceux d'autres matériaux.

On rencontre encore d'autres problèmes lorsqu'on s'efforce de produire des carreaux comprenant des particules de pierre noyées dans une matrice de résine plastique thermodurcie, problèmes résultant de l'incapacité des particules de pierre à fluier

uniformément dans le moule avec pour résultat l'entraînement d'air dans le mélange et l'apparition de vides indésirables dans le carreau résultant.

On a découvert qu'il est facile de résoudre les problèmes de correction du retrait excessif du carreau, de tassement des particules de pierre dans le moule lorsque le mélange flue vers l'extérieur sous pression, et de formation de poches d'air dans le carreau si l'on utilise des rapports beaucoup plus faibles de la résine (y compris polymère et monomère) aux particules de pierre que les rapports antérieurement utilisés avec des particules de pierre de différentes granulométries. On a découvert que les tentatives visant à assurer une meilleure répartition des particules de pierre dans le carreau par augmentation de la proportion de résine sont précisément allées à l'encontre de ce qu'il faut faire pour aboutir au résultat désiré. L'utilisation de compositions dans lesquelles la proportion de résine dépasse 25 % en poids entraîne obligatoirement l'incapacité des particules de pierre à fluier uniformément avec la résine.

On a découvert qu'un mélange à base de résine thermodurcissable contenant en poids environ de 7 à 25 % de résine ou de préférence environ de 10 à 12 % de résine et environ de 93 à 75 % et de préférence environ de 90 à 88 % de particules de pierre ne subit pas de retrait considérable au cours du durcissement, de sorte que les bords du carreau produit par moulage par compression sont sensiblement rectilignes. De plus, quand les mélanges comprennent les particules de pierre totales dans les proportions sus-spécifiées, des particules de pierre d'une dimension qui aurait tendance à ne pas fluier uniformément avec la résine lors de l'application de résine, c'est-à-dire les particules mesurant plus d'environ 0,150 mm, fluent à peu près uniformément dans le moule quand on incorpore au mélange une proportion suffisante de particules de pierre plus fines qui entraînent alors le fluage des susdites particules de plus de 0,150 mm.

Lors de la mise en œuvre de la présente invention la production de carreaux défectueux par suite de poches d'air enfermées dans des amas de particules de pierre tassées s'observe très rarement. Ceci reste vrai que l'on incorpore ou non au carreau des fragments de pierre de la dimension de ceux présents dans des « terrazzo », c'est-à-dire des fragments retenus sur un tamis percé d'ouvertures carrées mesurant environ de 1,6 à 0,8 mm de côté, de dimension inférieure à celle de l'épaisseur du carreau à produire.

Un excellent carreau possédant un aspect marbré, une répartition uniforme des particules de pierre et des pigments de façon à lui donner une surface régulièrement mouchetée ou veinée, a pu être produit, aussi bien lorsque les particules présentes dans le mélange mesurent environ 0,150 mm que lors-

que les particules de silice ou de marbre broyées jusqu'à mesurer moins de 0,42 mm sans tamisage ultérieur, quand on incorpore au mélange des particules d'argile mesurant de 10 à 1 micron en proportion provoquant un fluage uniforme des particules plus grosses.

On a obtenu un fluage uniforme de particules de dimension analogue à celles des particules des « terrazzo », avec une répartition uniforme des particules dans toute la masse du carreau, en utilisant une proportion de charge suffisante pour que les pourcentages de résine et de particules de pierre soient ceux spécifiés ci-dessus. La quantité de fragments utilisée pour produire un carreau « terrazzo » peut être assez petite afin que les fragments soient répartis à une distance sensiblement telle que spécifiée quelconque les uns des autres, pourvu que les plus petites particules de pierre constituant la charge dans le carreau soient présentes en proportion telle que les susdits plus gros fragments puissent fluer uniformément. La résine est de préférence présente en proportion telle qu'elle soit notamment supérieure à celle nécessaire pour mouiller toutes les surfaces des particules de pierre et pour combler les interstices résiduels entre les particules.

On préfère que les particules de pierre soient présentes dans une série de granulométrie telle que les particules, dans chaque plus petite granulométrie, soient présentes en quantité approximativement égale à celle nécessaire pour combler sensiblement les vides entre particules plus grosses quand les particules plus grosses sont disposées en volumes tels qu'elles soient sensiblement en contact mutuel, de façon à ne laisser ainsi subsister qu'un volume relativement faible de vides résiduels à combler par la résine. Cet agencement de particules plus grosses comportant entre elles des vides emplis de particules plus petites de dimensions décroissantes est analogue à l'utilisation d'agrégat grossier, d'agrégat fin et de sable, les vides résiduels entre le sable et les agrégats étant comblés avec du ciment Portland qui est commune pour la préparation du béton classique.

Bien que les particules de pierre soient de forme irrégulière et de dimension variable à l'intérieur d'un intervalle granulométrique choisi quelconque, les vides entre particules peuvent être grossièrement estimés comme représentant environ de 30 à 45 % du volume occupé par les particules dans l'intervalle granulométrique considéré. Par conséquent, une composition préférée est la suivante :

Gros agrégat : 1,6-6,4 mm, environ 50 % en poids;

Agrégat moyen : 0,6-18 mm, environ 24 % en poids;

Agrégat fin : 0,15-0,075 mm, environ 8 % en poids;

Argile d'environ : 10-1 micron, environ 8 % en poids;

Résine : le reste.

Le gros agrégat (fragments) sus-spécifié est de préférence constitué par du quartz, du granit, du marbre, du carborundum, etc. L'agrégat moyen est de préférence un mélange de silice et de marbre. Quand on désire obtenir un carreau possédant l'aspect du marbre avec les fragments participant au dessin marbré plutôt que contrastant avec la matrice du fond comme dans un carreau du type « terrazzo », il est considéré comme préférable d'utiliser comme gros agrégat (fragments) de la silice, comme agrégat moyen un mélange de silice et de marbre concassé, comme agrégat fin du sulfate de baryum, l'argile étant une argile blanche non hydratée telle que kaolin, etc.

Si l'on désire un aspect veiné ou tacheté, une très faible proportion d'un pigment de la couleur désirée est ajoutée après soigneuse homogénéisation du mélange de résine et de particules de pierre, après quoi on incorpore imparfaitement le pigment au mélange.

Il n'est pas nécessaire que les particules de la plus grosse dimension utilisées possèdent la granulométrie indiquée pour les fragments sus-spécifiés. Par exemple, si les grosses particules de pierre sont de n'importe quelle dimension assez grande pour que ces particules ne fluent pas uniformément avec une résine thermodurcissable lors de l'application de chaleur et de pression, c'est-à-dire si elles mesurent plus de 0,15 mm, on peut obtenir une répartition uniforme des particules dans la matrice en incorporant des particules de pierre plus fines en proportions correspondant approximativement à celles indiquées ci-dessus. La série d'intervalles granulométriques donnée dans la composition sus-spécifiée comporte alors simplement un moins grand nombre de membres, et les plus petites dimensions sont utilisées en proportions mutuelles approximativement telles qu'indiquées bien que le poids pour cent dans le mélange total soit bien entendu plus important.

On peut constater que les proportions de la résine aux particules de pierre plus grosses et plus fines dépendent, jusqu'à un certain point, de la surface totale développée par les particules de pierre et de la dimension moyenne des vides résiduels aussi bien que de la quantité de particules de pierre. Bien que ces paramètres soient très difficiles à déterminer avec précision, on a découvert qu'une grossière approximation suffit à permettre de fabriquer un carreau excellent et est réalisable facilement sur la base des relations mutuelles en poids et en volumes indiquées ci-après.

Le terme « pierre » tel qu'il est utilisé au cours de la présente description doit s'entendre dans le sens défini par le « Collegiate Dictionary » de

Webster publié par la G. et C. Merriam Company de New York, 1961, page 835 : « pierre... *b* une matière du type roche ou analogue en tant que matériau » et désigne non seulement des matériaux naturels tels que quartz, granit, marbre, argiles non absorbantes, etc., mais aussi des pierres synthétiques telles par exemple, qu'oxyde d'aluminium, sulfate de baryum, carbonate de calcium, « Carborundum » « Norbide », des pigments tels qu'oxyde de titane, oxyde de fer, etc.

Le terme « charge » s'applique à des particules de pierre de dimensions comprises entre environ un micron et une dimension maximum telle que la particule passe au travers d'un tamis comportant des ouvertures carrées mesurant environ 0,59 mm de côté. Le terme « fragments » s'applique à des particules de pierre de dimensions comprises entre environ 1,6 mm et une dimension maximum telle que la particule passe au travers d'un tamis comportant des ouvertures carrées d'environ 0,8 mm de côté, le diamètre de ces particules étant inférieur à l'épaisseur du carreau à fabriquer.

Un but de la présente invention est de réaliser un carreau dans la masse duquel des particules de pierre soient réparties d'une manière sensiblement uniforme, chacune desdites particules étant encapsulée dans une résine thermodurcissable dont la proportion soit relativement faible par rapport à celle des particules de pierre.

Un autre but de l'invention est de réaliser un carreau comportant des particules de pierre noyées à l'intérieur d'une matrice de résine thermodurcissable et dans lequel les particules de pierre soient mutuellement assez proches pour qu'une usure différentielle soit évitée autour des particules de pierre.

Un autre but de l'invention est de réaliser un procédé pour la fabrication d'un carreau de revêtement dans lequel des particules de pierre soient réparties d'une manière sensiblement uniforme dans une quantité essentiellement minimum d'une matrice à base de résine thermodurcissable.

Un autre but de l'invention est de réaliser un procédé pour incorporer des particules de pierre à une matrice de résine thermodurcissable dans des conditions telles que les dimensions et proportions des particules de pierre et les proportions de résine soient telles que l'on puisse obtenir une répartition sensiblement uniforme des particules de pierre dans la matrice simplement par application d'une pression sur la composition non durcie.

Un autre but de l'invention est de réaliser un procédé pour la fabrication d'un carreau de revêtement contenant des particules de pierre dans une matrice de matière plastique thermodurcie permettant d'obtenir une répartition sensiblement uniforme des particules de pierre par application de chaleur et de pression.

Encore un autre but de l'invention est de réaliser un procédé pour la fabrication d'un carreau de revêtement contenant des particules de pierre réparties d'une manière sensiblement uniforme dans une matrice de matière plastique thermodurcie dans des proportions telles que le carreau ne subisse pas de retrait notable au cours du moulage.

Un autre but de l'invention est de réaliser un procédé pour la préparation d'un carreau de revêtement contenant des particules de pierre réparties d'une manière sensiblement uniforme dans une matrice de matière plastique thermodurcie contenant moins de matière plastique que ce n'était jusqu'à présent considéré comme nécessaire.

Encore un autre but de l'invention est de réaliser un procédé pour la préparation d'un carreau de revêtement contenant des particules de pierre réparties d'une manière sensiblement uniforme dans une matrice de matière plastique thermodurcie, les particules de pierre étant en proportion telle qu'elles conduisent rapidement la chaleur au travers du mélange, avec pour résultat un durcissement rapide.

D'autres buts et avantages de l'invention apparaîtront facilement à l'homme de l'art au cours de la lecture du complément de description et des exemples suivants et à l'examen des dessins ci-annexés, lesquels complément, exemples et dessins concernent différents modes de réalisation de l'invention choisis à titre d'exemples non limitatifs et sont, bien entendu, donnés surtout à titre d'indication.

La figure 1, de ces dessins, représente en perspective un carreau de revêtement à base de matière plastique réalisé conformément à l'invention, une portion en étant arrachée pour montrer la composition intérieure qui confère au carreau l'aspect d'un revêtement du type « terrazzo ».

La figure 2 représente en élévation un dispositif de moulage utilisable pour fabriquer des carreaux de revêtement par mise en œuvre de la présente invention.

La figure 3 représente, semblablement à la figure 2, le dispositif avec le moule fermé par application de pression.

La figure 4 représente, en coupe verticale partielle agrandie, le moule du dispositif de la figure 2 partiellement fermé avec une masse de mélange formant le carreau fluant uniformément entre les poinçons du moule.

La figure 5, enfin, représente semblablement à la figure 4 la coupe verticale agrandie selon 5-5 figure 3, les poinçons du dispositif de moulage occupant leur position la plus rapprochée pour former une cavité de moulage entièrement remplie par le mélange devant constituer le carreau, lequel mélange a partiellement flué entre les bords latéraux coopérants des poinçons.

Les résines thermodurcissables utilisées lors de la mise en œuvre de la présente invention peuvent être

de tout type de résines thermodurcissables bien connues telles par exemple que des résines de polyester, des résines de mélamine, des résines phénoliques, des résines époxy, etc. Lors du moulage et du durcissement d'objets élaborés à l'aide de telles résines de ce type, il est habituel de préparer un mélange résineux comportant un polymère et un monomère capable de réagir avec le polymère pour former une matière plastique thermodurcie.

Les monomères sont des composés organiques capables de réagir par polymérisation par l'intermédiaire de doubles liaisons non saturées; ce sont généralement des liquides peu visqueux à la température ambiante ordinaire, tandis que les polymères auxquels ils sont mélangés sont des liquides épais, visqueux, voire même des matériaux pâteux. La formation d'un mélange de monomère et de polymère a pour résultat de diluer le polymère en permettant ainsi d'incorporer le mélange à une masse de particules de pierre à l'aide de malaxeurs appropriés. Il est de pratique habituelle d'utiliser d'environ 20 à 50 % d'un monomère adéquat avec un polymère d'un type sus-spécifié pour aboutir à un mélange plastique thermodurcissable permettant de préparer une composition adéquate se prêtant à des opérations de moulage et de durcissement en aboutissant à une masse plastique thermodurcie. Il est aussi habituel d'incorporer au mélange un catalyseur et un agent facilitant le démoulage. Le catalyseur est ordinairement utilisé à concurrence d'une proportion représentant en poids d'environ 0,5 à 2 % du polymère, tandis que la proportion d'agent de démoulage est d'environ 0,5 à 1 %. Parmi des monomères souvent utilisés avec des polymères des types sus-spécifiés, on peut citer styrène, vinyl-toluène, divinyl-benzène, méthacrylate de méthyle, phtalate de diallyle, méthyl-styrène, et d'autres. Les polymères et monomères utilisés selon leur aptitude connue à produire des matières plastiques thermodurcies possédant certaines caractéristiques générales telles que résistance aux alcalis et aux acides, durété etc., qui peuvent être avantageuses pour le carreau à fabriquer. Le choix de la résine thermodurcissable en vue de l'acquisition de telles propriétés ne fait pas partie de la présente invention, en vue de la mise en œuvre de laquelle on peut utiliser n'importe quelle résine thermodurcissable désirée.

On accordera souvent la préférence aux résines de polyester en raison de la brièveté du temps de durcissement nécessaire avec ces substances quand les propriétés sont adéquates en vue de l'utilisation envisagée pour le carreau de revêtement. Par exemple, un carreau contenant en poids de 75 à 93 % de particules de pierre dans une matrice de résine de polyester est souvent durcissable au cours d'un cycle d'environ 15 secondes, y compris les temps de mise en place d'un pâton de mélange de

résine et de pierre dans un moule préchauffé, de fermeture du moule sous pression afin de former un carreau, de durcissement préliminaire du carreau dans le moule, et de démoulage. On obtient facilement un post-durcissement en empilant les uns sur les autres les carreaux démoulés pour qu'ils se refroidissent lentement dans l'atmosphère ambiante.

Lors de la mise en œuvre de la présente invention, les particules de pierre sont à peu près en contact mutuel quand on utilise des quantités minimales de résine bien qu'elles soient encapsulées sur une mince couche de matière plastique thermodurcie qui remplit aussi les vides résiduels dans le carreau. Etant donné qu'il est fréquemment désirable d'utiliser des particules de pierre de divers types dans les différents intervalles granulométriques, et que la densité apparente varie selon la granulométrie et le type de pierre, les proportions en poids ne donnent que des approximations assez grossières des proportions nécessaires pour assurer l'obtention des résultats désirés quand on passe d'un type de pierre à un autre. Mais il ne faut pas perdre de vue que des approximations relativement grossières suffisent.

Lorsqu'on utilise un nouveau mélange dans lequel on se sert d'une pierre dont la granulométrie et la composition diffèrent de celles spécifiées dans les exemples donnés ci-après, des proportions de la résine aux particules de pierre spécifiées en volumes peuvent être intéressantes pour déterminer les quantités de résine nécessaires en vue de l'obtention des propriétés optimales désirées pour le carreau préparé à partir de n'importe quelle résine thermodurcissable et de n'importe quelles particules de pierre désirées. Pour déterminer approximativement la proportion de résine nécessaire, les proportions de résine spécifiées en poids dans les exemples suivants peuvent être doublées pour aboutir à une approximation très proche de la réalité des proportions en volumes. Par exemple, avec une composition contenant une résine (polymère et monomère) à concurrence de la teneur spécifiée dans l'exemple 1 ci-après, soit de 7,2 % en poids, la teneur en résine est de 14,58 % en volumes de sorte que les particules de pierre se trouvent présentes à raison respectivement de 92,7 % ou 85,4 % en poids ou en volumes. Les proportions de catalyseur et d'agent de démoulage sont si faibles qu'on peut les négliger dans de tels calculs.

Etant donné que la densité apparente de n'importe quel type et granulométrie de particules de pierre est facilement déterminable par simple pesée d'un volume connu du matériau en question, et que le poids spécifique de la résine est facile à déterminer; il est très facile de convertir les proportions en poids en proportions en volume ou inversement à partir du rapport du volume au poids. Etant donné que la surface développée des particules de pier-

re affecte la quantité de résine nécessaire pour encapsuler toutes les particules de pierre, et que la granulométrie et la forme générale des particules affectent le volume des vides subsistant entre les particules, il convient de tenir compte de ces paramètres lors de l'établissement des formules pour les compositions servant à préparer les carreaux différant de celles spécifiées dans les exemples. Par exemple, si l'on utilise de plus fortes proportions de particules plus fines, ou des particules plus grosses de nature relativement poreuse, en accroissant ainsi la surface développée, il convient d'augmenter un peu la proportion de résine (habituellement au maximum d'environ 2 %) au-dessus du minimum indiqué dans les exemples, et si les vides entre particules sont plus gros ou plus petits, il convient aussi d'augmenter ou de diminuer en conséquence la proportion de résine. En tout cas, il convient de maintenir les proportions de résine entre les valeurs minimales et maximales indiquées.

On a représenté figure 1 un carreau plastique 10 comportant des particules de pierre, lui conférant un aspect du type « terrazzo ». Le carreau 10 comporte des fragments 11 d'une dimension telle que spécifiée ci-dessus et qui sont maintenus dans une matrice 13 constituée par de la résine et de la charge. Le carreau 10 possède une surface extérieure 14 polie pour exposer à un plus grand degré la surface des fragments 11.

Avant de décrire le procédé de fabrication des carreaux en question, il convient de décrire un dispositif de moulage utilisable pour exécuter les différentes opérations élémentaires de fabrication. Se référant plus particulièrement aux dessins, on a représenté figure 2 un dispositif de moulage 15 comportant un socle 16 supportant une matrice inférieure 17. Une traverse horizontale 18 est rigidement espacée à partir du socle 16 sur des supports 19. Un cylindre 20 actionné par fluide et contenant un piston 21 est verticalement monté sur la traverse 18. Le piston 21 peut exécuter des déplacements alternatifs au moyen d'une pression de fluide appliquée au cylindre 20. Un poinçon supérieur 22 est supporté sur l'extrémité inférieure du piston 21. Les matrice et poinçon 17 et 22 sont propres à être chauffés par de la vapeur appliquée à l'aide de conduits 23 aboutissant à des passages (non représentés) ménagés à l'intérieur de la matrice et du poinçon, dont la vapeur d'échappement ressort par un conduit 24. On peut, si on le désire, utiliser d'autres moyens de chauffage des éléments 17 et 22.

Se référant à la figure 3, la matrice 17 et le poinçon 22 sont agencés de façon telle que, lorsqu'ils se trouvent rapprochés au maximum, ils laissent subsister entre eux une cavité qui, dans le mode de réalisation de la présente invention représenté, est propre à se trouver emplie d'un mélange for-

mant un carreau pour produire un carreau 10 (fig. 1). Un calibre 25 (fig. 4) placé sur la surface supérieure de la matrice 17 détermine l'espacement vertical entre surfaces coopérantes de la matrice 17 et du poinçon 22 constituant la cavité de moulage, et détermine donc l'épaisseur du carreau 10. Un faible jeu 26 entre les bords verticaux coopérants 27 et 28 appartenant respectivement à la matrice 17 et au poinçon 22, est nécessaire pour que les susdits éléments 17, 22 du moule puissent se déplacer facilement entre les positions d'ouverture et de fermeture.

Les carreaux de revêtement en question sont fabriqués par mise en œuvre d'un procédé caractérisé en ce qu'il comprend les opérations élémentaires consistant essentiellement à mélanger intimement les ingrédients du mélange formant le carreau de façon à aboutir à un mélange homogène, et à placer une masse d'un tel mélange représentant une quantité légèrement supérieure à celle nécessaire pour former le carreau 10 entre les éléments 17 et 22 préchauffés du moule en position ouverte. On ferme ensuite les éléments 17 et 22 sous pression en continuant à chauffer pour répartir uniformément le mélange formant le carreau entre la matrice 17 et le poinçon 22 et pour faire fluer un peu du mélange entre les bords 27 et 28 pour emplir le jeu 26 et enfermer le mélange comme le montre la figure 5. En raison de la nature du mélange formant le carreau, la portion 26a du mélange ayant flué entre les bords de la matrice et du poinçon du moule constitue un joint circonférentiel efficace entre eux de sorte que lors du serrage maximum des éléments du moule le mélange s'y trouve comprimé pendant qu'il est chauffé. On applique une pression pour réaliser une telle compression, et il convient que cette pression soit au moins suffisante pour provoquer une dissolution des fluides, y compris de l'air emprisonné, dans ledit mélange; il convient aussi que la température soit comprise dans l'intervalle de température assurant le durcissement de la résine. On maintient la pression et la température jusqu'à ce que la résine thermodurcissable ait durci pour former le carreau. Après durcissement de la résine, on ouvre les éléments du moule et on démonte le carreau.

Bien que l'on puisse utiliser le carreau brut de moulage, il est préférable de meuler ou polir une de ses faces 14 pour aboutir à une surface plane. Un tel polissage est spécialement désirable pour exposer les fragments 11 et constituer un carreau possédant l'aspect d'un véritable « terrazzo ». Après l'opération de polissage, on enduit le carreau d'une pellicule en améliorant le lustre, par exemple une pellicule d'une composition du type encaustique ou d'une composition obturante du type polyéthylène telle qu'on en utilise sur des carreaux de revêtement de sols ordinaires à base de matières vinyliques ou caoutchouteuses; on peut aussi utiliser

un « encaustique » à base de résine époxy. Ce type de revêtement non seulement améliore l'aspect du carreau, mais empêche les poussières et impuretés salissantes de pénétrer dans la zone superficielle du carreau en nuisant ainsi à son bel aspect.

En ce qui concerne le malaxage des compositions utilisables pour préparer les carreaux en question, et compte tenu du fait que la résine thermodurcissable servant à fabriquer ces carreaux est visqueuse, il ne faut pas perdre de vue que les mélanges sont plastiques ou pâteux et que le malaxage est par conséquent assez difficile. On le réalise généralement en mettant en œuvre une action d'étirage, de repliage, de pétrissage ou de déchirement, ou plus avantageusement une combinaison de ces actions. Toutefois, les ingrédients sont mélangés, le malaxage étant suffisamment efficace pour que toutes les surfaces des particules solides soient uniformément mouillées par les substances non solides et pour que les particules soient uniformément réparties dans toute la masse du mélange.

On a découvert que des malaxeurs de types communément utilisés dans des boulangeries pour le pétrissage de la pâte sont satisfaisants pour mélanger les ingrédients constitutifs du carreau en question. Lorsqu'on utilise des malaxeurs d'un tel type, on y introduit de préférence d'abord la résine, le pigment et le catalyseur que l'on mélange, puis on ajoute les fragments solides éventuellement de plusieurs intervalles granulométriques en commençant par les plus grossiers et en finissant par les plus fins, et en dernier on ajoute la charge. Si la température s'élève quand on procède à un malaxage énergique ou rapide en faisant apparaître un danger de thermdurcissement prématuré de la résine, il convient de prévoir des moyens de refroidissement adéquats du mélange.

Si l'on utilise d'autres types de malaxeurs, on peut être amené à faire varier l'ordre d'addition des ingrédients au cours du malaxage.

On chauffe les éléments du moule, généralement à l'aide de vapeurs, jusqu'à une température comprise entre environ 65 et 180 °C. On place un pàton de mélange entre la matrice et le poinçon de façon à répartir la masse sensiblement uniformément entre eux jusqu'à ce qu'elle emplisse complètement l'espace disponible entre ces éléments du moule. A ce moment, un peu de la résine est chassé dans l'espace subsistant en 26 entre les bords de la matrice et du poinçon; cette résine en raison de sa nature plastique, constitue un joint entre les éléments du moule de sorte que la masse de mélange s'y trouve en totalité efficacement confinée. En continuant à se rapprocher, les éléments du moule compriment ainsi la masse enfermée jusqu'au rapprochement maximum desdits éléments travaillants du moule. La force de moulage peut être constituée

par toute pression désirée à partir d'un minimum d'environ 10,5 kg/cm² jusqu'à environ 84-85 kg/cm², la pression étant de préférence comprise entre environ 23 et 32,5 kg/cm². Il convient donc d'appliquer une pression d'au moins neuf tonnes sur les éléments travaillants du moule à l'aide du piston 21, et de préférence une pression de plus de 18 tonnes, quand on veut mouler un carreau dont la surface 14 mesure environ 9,3 décimètres carrés.

Avec la composition telle que décrite ci-dessus et à de telles pressions, la masse flue uniformément et est déplacée et rendue compacte dans la cavité du moule sans écrasement de particules de pierre et sans aucune tendance à un entassement des particules plus grosses lors du moulage. La pression appliquée sur la masse après son confinement entre les éléments travaillants du moule injecte à force l'air et autres fluides occlus dans une telle masse pour les y disperser ou dissoudre uniformément, sans qu'il se forme de vides ou de poches d'air dans le carreau résultant.

Lorsqu'on applique une pression de 31,5 à 32,5 kg/cm² par les éléments travaillants du moule sur la masse destinée à constituer le carreau, la température du moule étant de 149 °C, la durée du cycle de moulage n'excède pas une minute, le moule n'étant pas fermé pendant plus de quarante secondes. On a recours à un tel cycle de moulage pour préparer le carreau décrit dans l'exemple 3.

Bien que l'on puisse réaliser le moulage à une température de 65 °C et avec une pression de 31,5 à 32,5 kg/cm² sur la masse devant constituer le carreau, il faut alors prolonger considérablement la durée du cycle de moulage. Le thermdurcissement est une action exothermique et s'amorce habituellement à environ 65 °C, et par conséquent l'échauffement interne aide à atteindre la température de thermdurcissement.

Il convient que les températures des éléments travaillants du moule n'excèdent pas sensiblement 205 °C pour empêcher un thermdurcissement prématuré de la résine, avant que le mélange devant former le carreau soit uniformément réparti à l'intérieur de la cavité du moule.

Quand le mélange contenu dans le moule est durci on écarte les éléments travaillants du moule et l'on démoule le carreau formé pendant qu'il est encore chaud. On peut empiler les carreaux pour utiliser la chaleur qui s'y trouve accumulée afin d'établir une période de durcissement supplémentaire au cours du lent refroidissement dans l'air. Cela assure l'établissement d'une résistance mécanique maximum due à une polymérisation complète de la résine dans le mélange.

Le carreau tel qu'il sort du moule se trouve recouvert d'une pellicule d'agent de démoulage qu'il convient d'éliminer.

Si l'on ne désire pas un aspect « terrazzo » clas-

sique après élimination de l'agent de démoulage, les carreaux sont prêts à l'emploi, mais leur surface n'est pas lisse et ne possède pas le « brillant » miroir ».

Il est donc souvent désirable de meuler ou polir une des faces 14 du carreau 10 pour exposer et polir les fragments 11 de pierre qui s'y trouvent noyés. Après un tel polissage, on forme sur le carreau un revêtement d'un agent de type cire ou encaustique qui lui confère l'aspect le plus avantageux d'une matière du type « terrazzo » classique. De plus, en raison de la variété des pigments que l'on peut ajouter et de la coloration naturelle des fragments de pierre et de la charge, on peut produire un carreau de n'importe quelle couleur désirée.

Ainsi qu'on l'a indiqué ci-dessus, un des carreaux préparés sans fragments de pierre possède l'aspect du marbre lui-même et peut servir, en vue de n'importe quelle application de revêtement, de matériau de remplacement du marbre.

On peut utiliser les carreaux en question par mise en œuvre de la plupart des méthodes classiques, telles que leur fixation en place au moyen d'un adhé-

sif. La matrice 13 du carreau, comprenant la résine et la charge, possède approximativement la même dureté que les fragments, et une usure différentielle de la matrice et des fragments est donc considérablement réduite. Les carreaux permettent de conférer à des revêtements de sols, par exemple, les mêmes propriétés avantageuses que les revêtements de sols « terrazzo » classiques, et d'autres avantages en outre. Ces avantages additionnels sont la fabrication simple et économique, une installation peu coûteuse par une main-d'œuvre non spécialisée alors que la pose de revêtements de sols en « terrazzo » est une affaire de spécialistes, et la facilité de remplacement par des carreaux neufs de ceux qui ont été endommagés dans un revêtement usagé.

Ci-après sont donnés différents exemples, bien entendu non limitatifs, de mise en œuvre de l'invention.

Exemple 1. — On prépare une composition, pour former des carreaux, selon la formule suivante et l'on forme des carreaux en plaçant des masses pesées de cette composition dans un moule chauffé et en appliquant une pression adéquate sur la masse.

	Volume	Volume	Poids	Poids
	cm ³	%	%	g
Polymère du type polyester	524,4	9,6		620
Vinyl toluène	262,2	4,98		283,5
Résine liquide totale.		14,58	7,2	
Catalyseur	3,77			4,5
Agent de démoulage.	7,54			9,0
Silice (tamis 0,59 à 0,297 mm)	2730			6 804
Marbre (concassé de façon à passer au travers d'un tamis de 0,42 mm).	1 090,4			2 722
BaSO ₄ (tamis 0,149 mm)	503			1 815
Argile (de 10 microns à 1 micron)	157,3		1,81	227
Pierre totale		85,42	92,7	

Le marbre concassé constitue toute la matière passant au travers d'un tamis comportant des ouvertures carrées mesurant 0,42 mm de côté et comporte une notable proportion de matière aussi fine ou plus fine que celle pouvant passer au travers d'un tamis à mailles de 0,074 mm; mais la proportion de telles fines est cependant assez faible. On estime que la quantité de marbre en particules de 0,42 à 0,25 mm est en gros celle nécessaire pour remplir les vides résiduels laissés par la silice de 0,59 à 0,297 mm si les particules de cette dernière sont dispersées dans un volume tel qu'elles soient mutuellement en contact; que les particules fines de marbre et de sulfate de baryum fournissent suf-

fisamment de substance de 0,149 mm pour occuper un volume représentant approximativement celui des vides résiduels que laisseraient subsister les particules de marbre plus grosses; que l'argile et les particules de substance très fine présentes dans les ingrédients sus-spécifiés sont en quantité approximativement égale à ce qu'il faut pour remplir les vides résiduels laissés par les particules de 0,149 mm. On constate que la résine est suffisante pour revêtir toutes les surfaces des particules de pierre et pour combler tous les vides résiduels dans le carreau.

On constate que les particules de pierre, y compris la silice plus grossière de 0,59 à 0,297 mm

et les particules de marbre plus grosses, fluent uniformément avec la résine quand la pression est appliquée au moule, et qu'il n'y a pas tendance de la résine à s'écouler à partir d'une masse de particules de pierre lors de l'application de pression.

On produit des carreaux d'un excellent aspect. Mais ces carreaux sont toutefois un peu trop rigides pour bien s'appliquer sur des surfaces légèrement irrégulières, dont la planéité n'est pas parfaite. Cette composition illustre celle d'un carreau possédant une souplesse proche de la valeur minimum pratique en vue d'une application de revêtement sur des éléments de construction comportant des irrégularités normales.

Exemple 2. — On prépare un mélange correspondant à la formule indiquée ci-dessous et l'on durcit les carreaux préparés à partir de ce mélange en opérant de la manière décrite ci-dessus. On détermine les propriétés du carreau.

	Poids	Poids
	%	g
Polymère du type polyester	5,29	453
Monomère.....	4,19	340
Résine totale.....	9,48	793
Peroxyde de benzoyle (catalyseur).	0,21	17
Stéarate de zinc (agent de démou-	0,21	17
lage).		
TiO ₂	0,35	28,4
Silice 1,41 à 0,59 mm.	39,14	3 175
Silice 0,59 à 0,297 mm.	11,18	907
Marbre (concassé de façon à passer	22,37	1 814
au travers d'un tamis de 0,42 mm		
de maille.		
Silice 0,074 mm.....	11,18	907
Argile d'une dimension moyenne	5,54	453
d'environ 4,5 microns.		

On obtient un fluage uniforme des particules de 1,41 à 0,297 mm. Les carreaux sont d'excellente qualité, pratiquement sans retrait; leur souplesse est suffisante par suite d'une teneur en résine plus forte que celle des carreaux de l'exemple 1, ce qui permet de les appliquer sur des surfaces assez fortement irrégulières.

Exemple 3. — Il s'agit ici d'un carreau fabriqué à partir d'une résine du type polyester à l'anhydride maléique contenant en poids 23 % de styrène, et qui est vendue sous la désignation « n° 5140 » par la Pittsburgh Paint Company. Le carreau possède l'aspect du marbre par suite de la col-

laboration naturelle des fines de marbre. On n'utilise pas de fragments de pierre.

Constituant	Poids	Parties en poids
	%	
(a) Résine.....	15,3	1,0
(b) Un catalyseur sous la forme d'une pâte contenant en poids 50 % de peroxyde de benzoyle.	0,1	0,1
(c) Stéarate de zinc.	1,0	
(d) Charge constituée par des particules de pierre y compris des fines de marbre dont les particules vont de 0,25 mm à une fine poussière.	83,6	5,5
	100,0	6,6

On produit un carreau de bonne qualité. Bien que l'on n'ait pas déterminé l'analyse granulométrique du marbre, il s'y trouve une proportion relativement importante de fines. On obtient une répartition sensiblement uniforme des particules de marbre plus grosses dans le carreau.

Exemple 4. — On fabrique des carreaux à partir d'une résine à base d'anhydride maléique, d'acide isophtalique et d'anhydride phtalique avec 30 % de vinyl-toluène en poids, vendue sous la dénomination de « Polylite 8181 » par Reichhold Chemicals, Inc. Le carreau final contient des fragments de pierre qui lui confèrent l'aspect d'un véritable « terrazzo ».

Constituant	Poids	Parties en poids
	%	
(a) Résine.....	14,2	1,0
(b) Un catalyseur sous la forme d'une pâte contenant en poids 50 % de peroxyde de benzoyle.	0,1	0,3
(c) Stéarate de zinc.	0,4	
(d) Pigment (bioxyde de titane) ..	4,0	
(e) Charge constituée par des particules de pierre allant de 0,25 mm aux dimensions d'une fine poussière.	33,8	2,4
(f) Fragments.	47,5	3,3
	100	7,0

On utilise la charge à concurrence d'une proportion équivalent à environ 71 % en poids des fragments. Ce rapport de la charge aux fragments est voisin du rapport minimum utilisable pour ob-

tenir le fluage uniforme des fragments, de la charge et de la résine avec cette résine therm durcissable particulière.

Exemple 5. — On fabrique des carreaux à partir d'une résine du type polyester dénommée « Poly-

lite 3131 » déjà spécifiée dans l'exemple 4. Le carreau comporte une matrice d'un blanc pur formée dans le « terrazzo » grâce à l'addition d'un pigment blanc, le bioxyde de titane. La qualité du carreau est excellente.

Constituant	Poids	Parties en poids
(a) Résine.....	%	
(b) Un catalyseur sous la forme d'une pâte contenant en poids 50 % de peroxyde de benzoyle.	15,9 0,2	1,0
(c) Stéarate de zinc.....	1,0	0,3
(d) Pigment (bioxyde de titane).....	4,0	
(e) Charge (constituée par des particules de pierre dont la granulométrie s'étend de 0,25 mm à une fine poussière).	60,0	3,8
(f) Fragments constitués par de la pierre concassée en particules plus grosses que celles de la charge et dont une dimension n'excède pas la dimension minimum du carreau.	19,0	1,2
	100	6,3

On estime que le fort rapport de la charge aux fragments indique que le rapport maximum de la charge aux fragments est indéfini et sans importance. On obtient un bon fluage uniforme des fragments avec la charge et la résine dans le moule.

Exemple 6. — On fabrique des carreaux avec une résine du type polyester, à base d'anhydride

phthalique et d'anhydride maléique, contenant en poids 50 % de styrène. On utilise la résine de l'exemple 5 en y ajoutant suffisamment de monomère pour atteindre une teneur en monomère de 50 %. Le carreau obtenu possède une couleur bleue par suite de l'utilisation de pigments à l'oxyde de fer; il est d'une bonne qualité uniforme.

Constituant	Poids	Parties en poids
(a) Résine.....	%	
(b) Un catalyseur sous la forme d'une pâte contenant en poids 50 % de peroxyde de benzoyle.	14,5 0,1	1,0
(c) Stéarate de zinc.....	1,0	0,1
(d) Pigment (oxyde de fer).....	0,4	
(e) Charge constituée par des particules de pierre dont la granulométrie s'étend de 0,25 mm à une fine poussière.	50,5	3,5
(f) Fragments constitués par de la pierre concassée dont les particules sont plus grosses que celles de la charge et dont une dimension est au maximum celle de la dimension minimum du carreau.	33,5	2,3
	100	6,9

Exemple 7. — On fabrique ce carreau à partir d'une résine de la Retzloff Chemical Company, qui est une résine de phtalate de diallyle mais éla-

borée en utilisant une résine produite par des réactions d'alcool allylique et d'anhydride phtallique et avec 30 % de styrène en poids.

Constituant	Poids	Parties en poids
(a) Résine.....	%	
(b) Un catalyseur sous la forme d'une pâte contenant en poids 50 % de peroxyde de benzoyle.	14,4 0,1	1,0
(c) Stéarate de zinc.....	1,0	0,1
(d) Charge constituée par des particules de pierre dont la granulométrie s'étend de particules de 0,25 mm à une fine poussière, y compris du marbre dit « Texas Amber » de la même granulométrie.	46,7	3,2

Le carreau ainsi obtenu possède la couleur du marbre avec des dessins veinés qui imitent à s'y méprendre ceux du marbre naturel. On peut abaisser la proportion de résine utilisée, jusqu'à un rapport inférieur de la résine aux particules de pierre, à savoir (en parties en poids) : résine 1,0, charge 1,3, fragments, catalyseur (peroxyde de benzoyle) et stéarate de zinc comme agent de démoulage 0,1 pour un total de 8,9 parties.

De tout ce qui précède, il ressort clairement que la présente invention permet bien effectivement d'atteindre tous les buts définis ci-dessus, tout en acquérant d'autres avantages inhérents à la structure du produit et à son mode d'élaboration.

Bien entendu, le spécialiste peut facilement imaginer et utiliser des variantes très nombreuses des compositions et modes opératoires sus-spécifiés sans s'écarter pour autant de l'esprit ni de la portée de l'invention.

De plus, on entend étendre la portée de l'invention aux carreaux de revêtements préparés par mise en œuvre des procédés sus-spécifiés.

RÉSUMÉ

L'invention a pour objet, principalement :

1° Un procédé pour la fabrication de carreaux de revêtement contenant une résine thermodurcissable comportant un polymère et un monomère capables de réagir mutuellement pour former une matière plastique thermodurcie intimement mélangée à des particules de pierre, un amas du mélange résultant étant placé dans un moule, une pression suffisante étant appliquée au moule pour provoquer un étalement du susdit amas afin qu'il emplisse le moule, et le mélange ainsi étalé étant durci par application de chaleur et de pression, lequel procédé est caractérisé en ce qu'il consiste essentiellement à utiliser au cours de sa mise en œuvre un mélange intime contenant en poids d'environ 7 à environ 25 % de résine thermodurcissable avec d'environ 93 à 75 % de particules de pierre, lesdites particules de pierre comportant des particules d'une dimension supérieure à 0,149 mm qui ne sont normalement pas étalées uniformément avec la matière plastique thermodurcissable dans ledit moule et une quantité suffisante de particules de plus petites dimensions pour étaler les particules de plus de 0,149 mm uni-

formément au cours du fluage de ladite résine dans le moule;

2° Un procédé selon 1°, caractérisé en ce que la résine thermodurcissable dans le mélange représente en poids d'environ 10 à 12 % tandis que le poids des particules de pierre représente de 90 à 88 %;

3° Un procédé selon 1° ou 2° caractérisé en ce que la résine thermodurcissable est une résine du type polyester; la résine est mélangée avec environ 5,7 à 7,8 parties en poids de particules de pierre par partie de résine, les particules de pierre comportant environ de 2,4 à 4,5 parties de charge et environ de 2,3 à 5,4 parties de fragments;

4° Un procédé selon 1°, 2° ou 3°, caractérisé en ce que les particules de pierre correspondent à des séries d'analyses granulométriques progressivement de plus en plus fines, les particules dans chaque intervalle granulométrique plus fin étant présentes en proportions comprises entre environ 30 et 45 % en poids des particules de l'intervalle granulométrique immédiatement supérieur;

5° Un procédé selon l'un quelconque des points 1° à 4° caractérisé en ce que les intervalles granulométriques sont respectivement : plus de 1,6 mm; de 0,59 à 0,297 mm; de 0,42 à 0,149 mm; et au-dessous de 0,074 mm;

6° Un procédé selon l'un quelconque des points 1° à 4° caractérisé en ce que les intervalles granulométriques sont respectivement : de 1,41 mm à 0,59 mm; de 0,59 à 0,297 mm; et de 0,074 mm à 0,001 mm;

7° Un procédé selon l'un quelconque des points précédents, caractérisé en ce que les particules de pierre contenant en outre environ de 8 à 10 % d'argile;

8° Un procédé selon l'un quelconque des points précédents, caractérisé en ce qu'une petite proportion de pigment est imparfaitement mélangée au mélange de résine et de particules de pierre;

9° Un carreau de revêtement caractérisé en ce qu'il est fabriqué par mise en œuvre d'un procédé tel que spécifié ci-dessus.

LEE, ROY MANGRUM

Par procuration :

PLASSERAUD, DEVANT, GUTMANN, JACQUELIN, LEMOINE

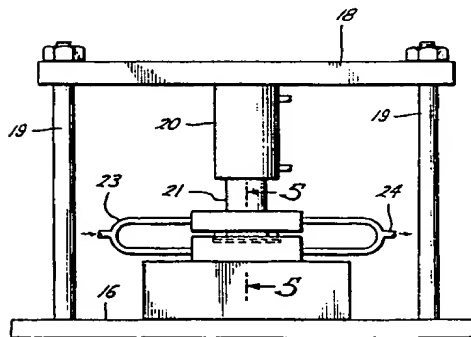
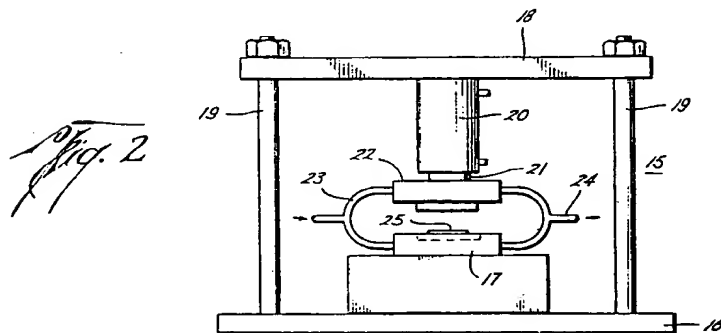
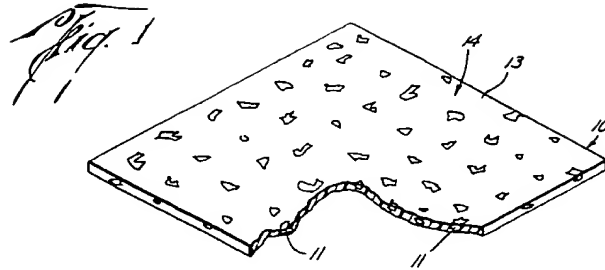


Fig. 4

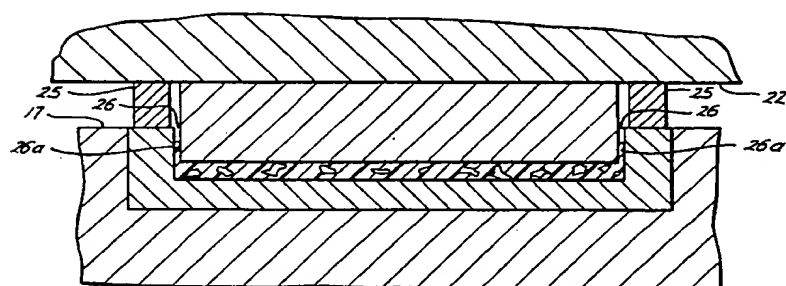
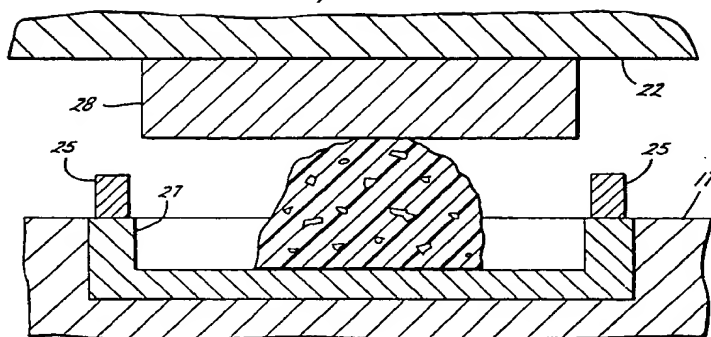


Fig. 5